



# DE10122733

**Patent number:** DE10122733  
**Publication date:** 2002-11-14  
**Inventor:** GERDAU LUDOLF (DE); WIDT RUDI (DE)  
**Applicant:** INFICON GMBH (DE)  
**Classification:**  
**- international:** G01M3/00; G01M3/20; G01M3/00; G01M3/20; (IPC1-7): G01M3/00  
**- european:** G01M3/20M; G01M3/00D  
**Application number:** DE20011022733 20010510  
**Priority number(s):** DE20011022733 20010510

## Also published as:

 WO02090917 (A3)  
 WO02090917 (A2)

[Report a data error here](#)

## Abstract of DE10122733

The invention relates to a test-leakage device comprising a tracer gas reservoir (12) and a tracer gas outlet (16), which is sealed by a membrane (30) consisting of silicon oxide. A heating device for heating the silicon oxide disc (32) is also provided. The permeability of silicon oxide to low-molecular gases is essentially dependent on its temperature, so that the leak rate of the test-leakage device can be modified and controlled by heating the silicon oxide membrane.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

Best Available Copy



①⑨ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 101 22 733 A 1**

⑤① Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**G 01 M 3/00**

②① Aktenzeichen: 101 22 733.7  
②② Anmeldetag: 10. 5. 2001  
④③ Offenlegungstag: 14. 11. 2002

1 A 327 233 A 1  
DE 101 22 733 A 1

⑦① Anmelder:  
Inficon GmbH, 50968 Köln, DE

⑦④ Vertreter:  
Patentanwälte von Kreisler, Selting, Werner et col.,  
50667 Köln

⑦② Erfinder:  
Gerdau, Ludolf, 50189 Elsdorf, DE; Widt, Rudi,  
50969 Köln, DE

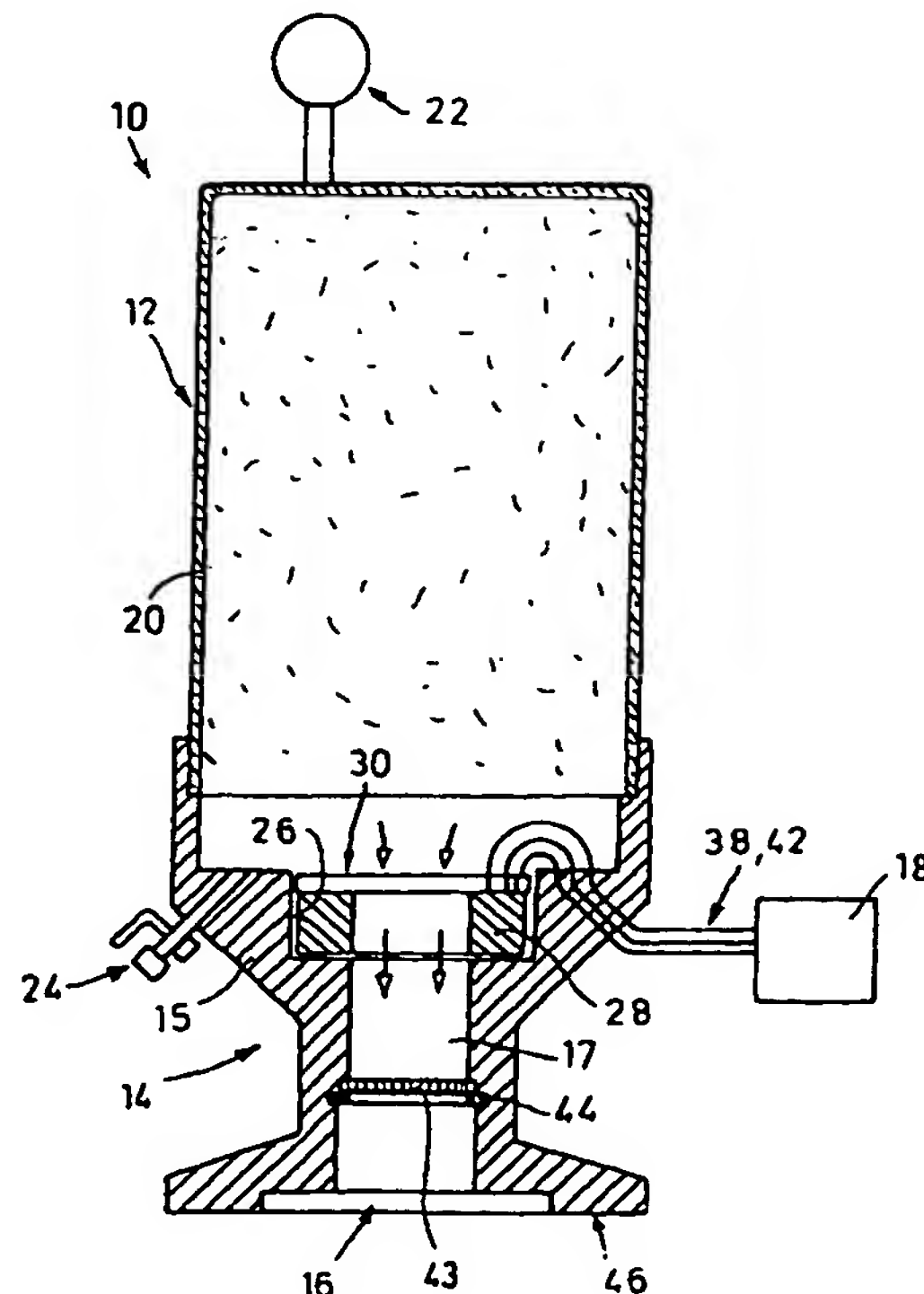
⑤⑥ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht  
zu ziehende Druckschriften:

DE 198 32 833 A1  
DE 196 52 789 A1  
DE 195 21 275 A1  
DE 43 26 265 A1  
DE 29 26 112 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑤④ Testleckvorrichtung

⑤⑦ Eine Testleckvorrichtung weist einen Testgasspeicher (12) und einen Testgasauslass (16) auf, der von einer Membran (30) aus Silizium-Oxid verschlossen ist. Ferner ist eine Heizvorrichtung zum Beheizen der Silizium-Oxid-Scheibe (32) vorgesehen. Die Durchlässigkeit für kleinmolekulare Gase ist bei Silizium-Oxid im Wesentlichen von seiner Temperatur abhängig, so dass sich durch Beheizen der Silizium-Oxid-Membran die Leckrate der Testleckvorrichtung verändern und steuern lässt.



Best Available Copy

DE 101 22 733 A 1

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf eine Testleckvorrichtung mit einem Testgasspeicher und einem Testgasauslass.

[0002] Testleckvorrichtungen erzeugen einen in der Größe möglichst genau bekannten Strom eines Testgases, dessen Größe Leckrate genannt wird. Testleckvorrichtungen werden zur Kontrolle und zum Abgleich von Lecksuchgeräten eingesetzt. Als Lecksuchgeräte zum Nachweis des Testgases dienen beispielsweise Massenspektrometer. Dem Lecksuchgerät wird von der Testleckvorrichtung ein in der Höhe bekannter Testleckstrom zugeführt, wobei der von dem Lecksuchgerät ausgegebene Leckraten-Messwert mit der bekannten Leckrate des Testleckgeräts verglichen und abgeglichen wird. Eine bekannte Testleckvorrichtung ist die Diffusions-Testleckvorrichtung, bei der das Testgas aufgrund eines Druckgefälles durch eine gasdurchlässige Membran mit einer konstanten Leckrate hindurchströmt. Eine Veränderung der Leckrate kann nur über die Veränderung der Gasdruckdifferenz erfolgen, was langsam und aufwendig ist. Aus DE-A-199 06 941 ist eine Testleckvorrichtung bekannt, die sich zur definierten Testgasabgabe einer Kapillare bedient, durch die das Testgas mit konstanter Leckrate hindurchströmt. Die Leckrate ist weitgehend festgelegt, wobei stets die Gefahr besteht, dass die empfindliche Kapillare verstopft und dann keinen oder nur einen stark verringerten Testgasstrom passieren lässt.

[0003] Aufgabe der Erfindung ist es, die Steuerbarkeit des Testgasstromes bei einer Testleckvorrichtung zu verbessern.

[0004] Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß mit den Merkmalen des Anspruchs 1 gelöst.

[0005] Die erfindungsgemäße Testleckvorrichtung weist einen Testgasspeicher und einen Testgasauslass auf. Der Testgasauslass wird von einer Membran aus Silizium-Oxid verschlossen, die durch eine Heizvorrichtung beheizbar ist. Silizium-Oxid ist für kleinmolekulare Gase durchlässig, jedoch ist die Gasdurchlässigkeit abhängig von der Temperatur des Silizium-Oxides. Während das Silizium-Oxid bei Zimmertemperatur nahezu undurchlässig für ein kleinmolekulares Testgas ist, ist es bei einer Temperatur von ca. 700°C um mehrere Zehnerdekaden durchlässiger für ein derartiges Gas. Über einen Temperaturbereich von ca. 700 K lässt sich ein Testgasstrom einer Leckrate von  $10^{-11}$  bis  $10^{-4}$  mbar · l · s<sup>-1</sup> einstellen. Bei konstanter Temperatur der Silizium-Oxid-Membran ist der Testgasstrom ebenfalls sehr konstant. Durch Verwendung einer Silizium-Oxid-Membran als Verschluss des Testgasauslasses lässt sich sowohl ein Testgas-Nullstrom realisieren, als auch sehr kleine konstante Testgas-Ströme realisieren. Je nach thermischer Situation lässt sich durch ein schnelles Aufheizen und/oder Abkühlen der Silizium-Oxid-Membran auch ein mit 1 bis 2 Hz modulierter Testgasstrom realisieren. Als Testgas wird vorzugsweise reines Helium verwendet, können aber auch andere kleinmolekulare Gase eingesetzt werden.

[0006] Die Flussrate des Testgases durch die Silizium-Oxid-Membran hängt bei konstantem Testgasdruck in dem Testgasspeicher ausschließlich von der Temperatur der Silizium-Oxid-Membran ab. Damit ist die Testgasflussrate bzw. die Leckrate über die Temperatur der Silizium-Oxid-Membran exakt über einen weiten Bereich steuerbar und reproduzierbar.

[0007] Gemäß einer bevorzugten Ausgestaltung ist die Membran eine Silizium-Oxid-Scheibe, die aus Stabilitätsgründen eine Grundstärke von 1 bis 2 mm aufweist und die mehrere Fenster mit einer Materialstärke von weniger als 20 µm aufweist. Die Gasdurchlässigkeit von Silizium-Oxid bei einer Materialstärke von 1 bis 2 mm ist gering, so dass

die dünnwandigen Fenster vorgesehen werden müssen, durch die das Testgas hindurchtreten kann. Da eine Silizium-Oxid-Scheibe von 20 µm Stärke jedoch keine ausreichende mechanische Stabilität aufweisen würde, wird die tragende Struktur von den Bereichen mit einer Materialstärke von 1 bis 2 mm gebildet. Auf diese Weise lässt sich durch Vorsehen einer Vielzahl von Fenstern eine sehr große gasdurchlässige Fläche in der mechanisch dennoch stabilen Silizium-Oxid-Scheibe bilden. Die Scheibenfenster sind vorzugsweise annähernd rund und haben einen Durchmesser von weniger als 2,0 mm.

[0008] Vorzugsweise ist die Heizvorrichtung eine elektrische Heizschlange auf der Silizium-Membran bzw. -Scheibe. Die Heizschlange kann beispielsweise ein mäanderartig auf der Silizium-Oxid-Scheibe aufgebracht Heizdraht sein. Mit der elektrischen Heizschlange lässt sich die Silizium-Membran bzw. Scheibe sehr schnell aufheizen, so dass sich mit einer derartigen Heizvorrichtung hohe Temperaturen und schnelle Änderungen der Testgas-Durchflussrate und ggf. eine Modulationen des Testgasstromes realisieren lassen.

[0009] Alternativ oder ergänzend kann die Heizvorrichtung auch als ein auf die Silizium-Oxid-Membran bzw. -Scheibe gerichteter Infrarotstrahler oder eine auf die Silizium-Oxid-Scheibe gerichtete Elektronenquelle sein. Die Ausbildung der Heizvorrichtung als Infrarotstrahler oder als Elektronenquelle erlaubt eine gleichmäßige und großflächige Erwärmung der Silizium-Oxid-Scheibe bzw. -Membran.

[0010] Vorzugsweise ist auf der Silizium-Oxid-Membran bzw. -Scheibe ein Temperatursensor angeordnet, der mit einer Steuervorrichtung und/oder einem Anzeigegerät zum Anzeigen der gemessenen Temperatur verbunden ist. Durch die Steuervorrichtung kann die Temperatur der Silizium-Oxid-Membran bzw. -Scheibe genau angesteuert und eingehalten werden, wodurch eine exakt reproduzierbare und konstante Testgas-Leckrate realisiert werden kann.

[0011] Im folgenden wird unter Bezugnahme auf die Figuren ein Ausführungsbeispiel der Erfindung näher erläutert.

[0012] Es zeigen:

[0013] Fig. 1 eine Testleckvorrichtung mit einem Testgasspeicher und einem Testgasauslass im Längsschnitt, und

[0014] Fig. 2 die Silizium-Oxid-Membran der Testleckvorrichtung der Fig. 1 im Längsschnitt.

[0015] In Fig. 1 ist eine Testleckvorrichtung 10 dargestellt, die der Erzeugung eines definierten Gasstromes zur Kontrolle und zum Abgleich von hochempfindlichen Lecksuchgeräten, beispielsweise von Sektorfeld-Massenspektrometern dient.

[0016] Die Testleckvorrichtung 10 besteht im Wesentlichen aus einem Testgasspeicher 12, einem Sockel 14 mit einem Testgasauslass 16 und einer Steuervorrichtung 18.

[0017] Der Testgasspeicher 12 wird von einem gasdichten topfförmigen Speicherbehälter 20 gebildet, der mit seiner nach unten weisenden Öffnung gasdicht in das obere Ende des Sockels 14 eingesetzt ist. An der Deckenwand des Speicherbehälters 20 ist ein Manometer 22 zur Anzeige des Testgasdruckes angeordnet. In dem Speicherbehälter 20 sind als Testgas 100 bis 200 Kubikzentimeter Helium mit einem Überdruck von 2 bis 7 bar gespeichert. Der Gasüberdruck kann generell jedoch zwischen 0,3 und 100 bar betragen. Zum Befüllen des Testgasspeichers 12 ist an dem Sockel 14 ein verschließbares Füllventil 24 vorgesehen.

[0018] Der Metall-Sockelkörper des Sockels 14 weist einen axial vertikal verlaufenden Auslasskanal 17 auf, der den Testgasauslass 16 bildet. Am speicherbehälterseitigen Ende des Auslasskanales 17 ist ein ringförmiger stufenartiger Absatz 26 in den Sockelkörper 15 eingelassen, in dem

auf einem ringförmigen Isolationskörper 28 eine Membran 30 aus Silizium-Oxid lagert.

[0019] Die Membran 30 ist eine kreisrunde Scheibe 32, die aus Silizium-Oxid besteht und genauer in Fig. 2 dargestellt ist. Die Silizium-Oxid-Scheibe hat einen Durchmesser von ungefähr 10 mm und eine Materialstärke von 0,5 mm. Die Silizium-Oxid-Scheibe 32 weist 200 kleine Fenster 34 mit einem mittleren Durchmesser von 0,4 mm auf, in deren Bereich das Silizium-Oxid eine Stärke von nur 5 bis 6  $\mu\text{m}$  hat. Der Gasdurchtritt des Helium-Testgases erfolgt praktisch ausschließlich im Bereich der Fenster 34.

[0020] Auf der glatten und ebenen auslassseitigen Unterseite der Silizium-Oxid-Scheibe 32 ist als Heizvorrichtung eine mäanderartig verlaufende elektrische Heizschlange 36 angeordnet, die über nach außen geführte Versorgungsleitungen 38 von einer Steuervorrichtung 18 aus mit elektrischer Energie versorgt wird. Die Heizschlange 36 ist so ausgelegt, dass die gesamte Fläche der Silizium-Oxid-Scheibe 32 stets ungefähr gleichmäßig beheizt wird. Die Heizleistung der Heizvorrichtung kann in einem Bereich zwischen 3 bis 30 Watt gesteuert werden. Die Temperatur der Silizium-Oxid-Scheibe 32 kann bis zu 700°C betragen. Bei guter Wärmeleitung des Isolationskörpers 28 können Modulationsraten von 1 bis 2 Hz realisiert werden.

[0021] An der Unterseite der Silizium-Oxid-Scheibe 32 ist ferner ein Temperatursensor 40 angeordnet, der ständig die Eigentemperatur der Silizium-Oxid-Scheibe 32 misst. Auch der Temperatursensor 40 ist über elektrische Leitungen 42 mit der Steuervorrichtung 18 verbunden.

[0022] Im axial mittleren Bereich des Auslasskanals 17 ist als mechanischer Schutz eine Filterscheibe 43 mit einem Sicherungsring 44 angeordnet, die das Eindringen von Partikeln in das empfindliche nachfolgende Analysegerät vermeidet, beispielsweise von Silizium-Oxid-Körpern beim Bruch der Silizium-Oxid-Scheibe 32.

[0023] Am auslassseitigen Ende des Sockels 14 ist ein Befestigungsflansch 46 vorgesehen, der der einfachen Montierbarkeit der Testleckvorrichtung 10 an ein nachfolgendes Element dient.

[0024] Der Isolationskörper 28 besteht aus einem gut wärmeisolierenden hitze- und gasbeständigem Material und isoliert die Silizium-Oxid-Membran 30 thermisch gegenüber dem Sockelkörper 15. Hierdurch wird die Wärmeabfuhr von der Silizium-Oxid-Membran in den Sockel 14 auf ein Minimum reduziert, so dass auch die zum Halten einer bestimmten Temperatur der Silizium-Oxid-Membran erforderliche Heizenergie so gering wie möglich gehalten wird. Zur Realisierung hoher Modulationsfrequenzen kann der Isolationskörper 28 jedoch auch aus gut wärmeleitendem Material bestehen.

[0025] Alternativ oder ergänzend zu dem Manometer 22 kann innerhalb des Testgasspeichers 12 bzw. an der Innenseite des Sockelkörpers 15 ein Drucksensor vorgesehen sein, der ebenfalls mit der Steuervorrichtung 18 verbunden sein kann. Mit einem weiteren der Steuervorrichtung 18 verbundenen Drucksensor im Bereich des Auslasskanals 17 kann die Steuervorrichtung auch bei sich verändernden Druckverhältnissen einen Testgasstrom konstanter Leckrate durch entsprechende Steuerung der Heizvorrichtung realisieren.

[0026] Mit der beschriebenen Testleckvorrichtung lassen sich Leckraten von  $10^{-11}$  bis  $10^{-4} \text{ mbar} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$  realisieren.

[0027] Die beschriebene Testleckvorrichtung 10 stellt zum einen eine über einen weiten Leckratenbereich genau einstellbare und steuerbare Testgasquelle dar und ist gleichzeitig sehr zuverlässig, da Verstopfungen des Auslasskanals 17 oder der Membran 30 praktisch ausgeschlossen sind.

#### Patentansprüche

1. Testleckvorrichtung mit einem Testgasspeicher (12) und einem Testgasauslass (16), dadurch gekennzeichnet, dass der Testgasauslass (16) von einer Membran (30) aus Silizium-Oxid verschlossen ist, und dass eine Heizvorrichtung zum Beheizen der Silizium-Oxid-Membran (30) vorgesehen ist.
2. Testleckvorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Membran (30) eine Silizium-Oxid-Scheibe (32) ist, die mehrere Fenster (34) mit einer Materialstärke von weniger als 20  $\mu\text{m}$  aufweist.
3. Testleckvorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Heizvorrichtung eine elektrische Heizschlange (36) auf der Silizium-Oxid-Membran (30) ist.
4. Testleckvorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Heizvorrichtung ein auf die Silizium-Oxid-Membran (30) gerichteter Infrarotstrahler ist.
5. Testleckvorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Heizvorrichtung eine auf die Silizium-Oxid-Membran (30) gerichtete Elektronenquelle ist.
6. Testleckvorrichtung nach einem der Ansprüche 1–5, dadurch gekennzeichnet, dass auf der Silizium-Oxid-Membran (30) ein Temperatursensor (40) angeordnet ist, der mit einer die gemessene Temperatur verarbeitenden Steuervorrichtung (18) gekoppelt ist.
7. Testleckvorrichtung nach einem der Ansprüche 2–6, dadurch gekennzeichnet, dass die Stärke der Silizium-Oxid-Scheibe (32) geringer als 2,0 mm ist.
8. Testleckvorrichtung nach einem der Ansprüche 1–7, dadurch gekennzeichnet, dass das Testgas in dem Testgasspeicher (12) Helium ist.

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

Best Available Copy



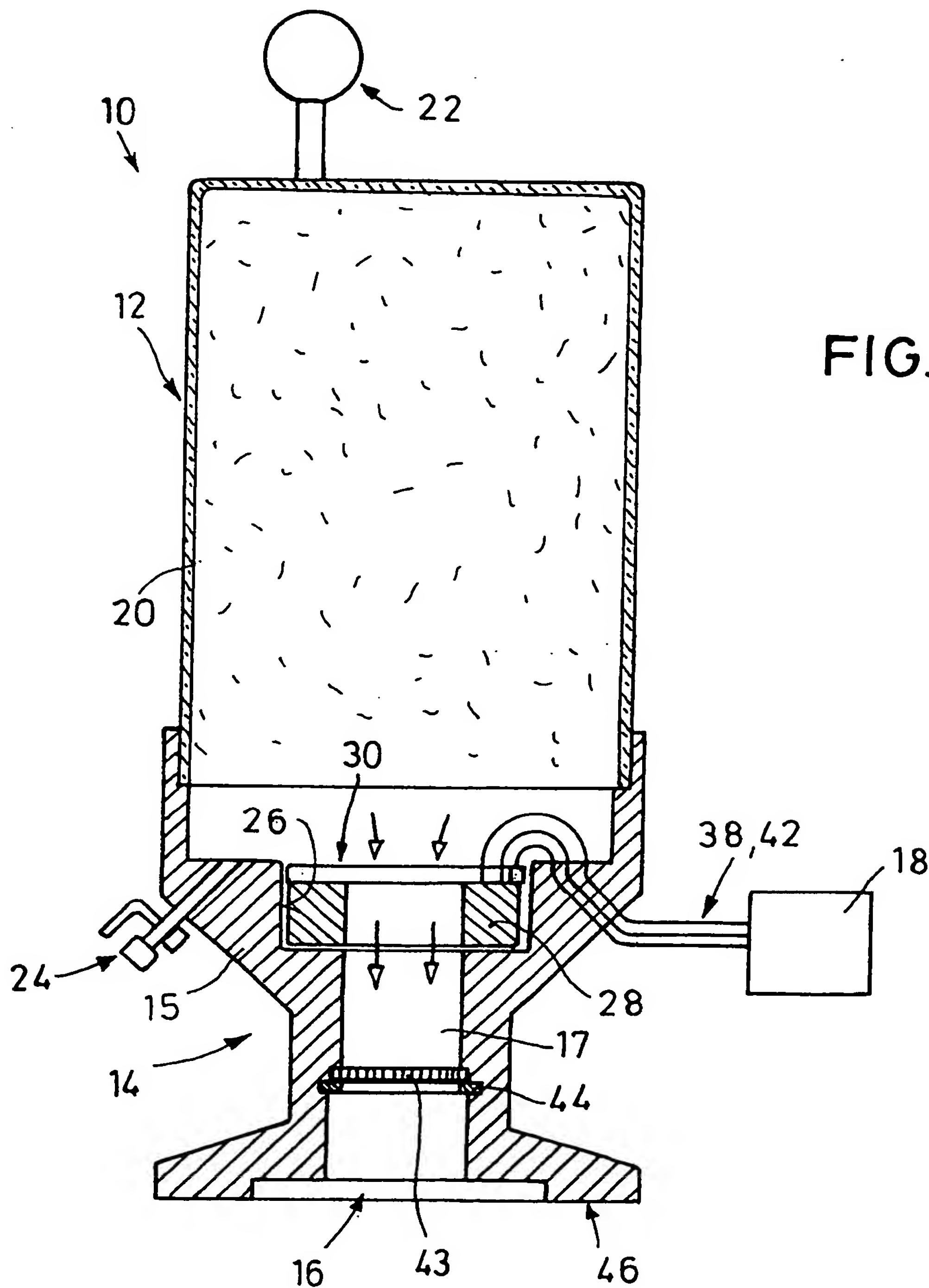


FIG. 1

Best Available Copy

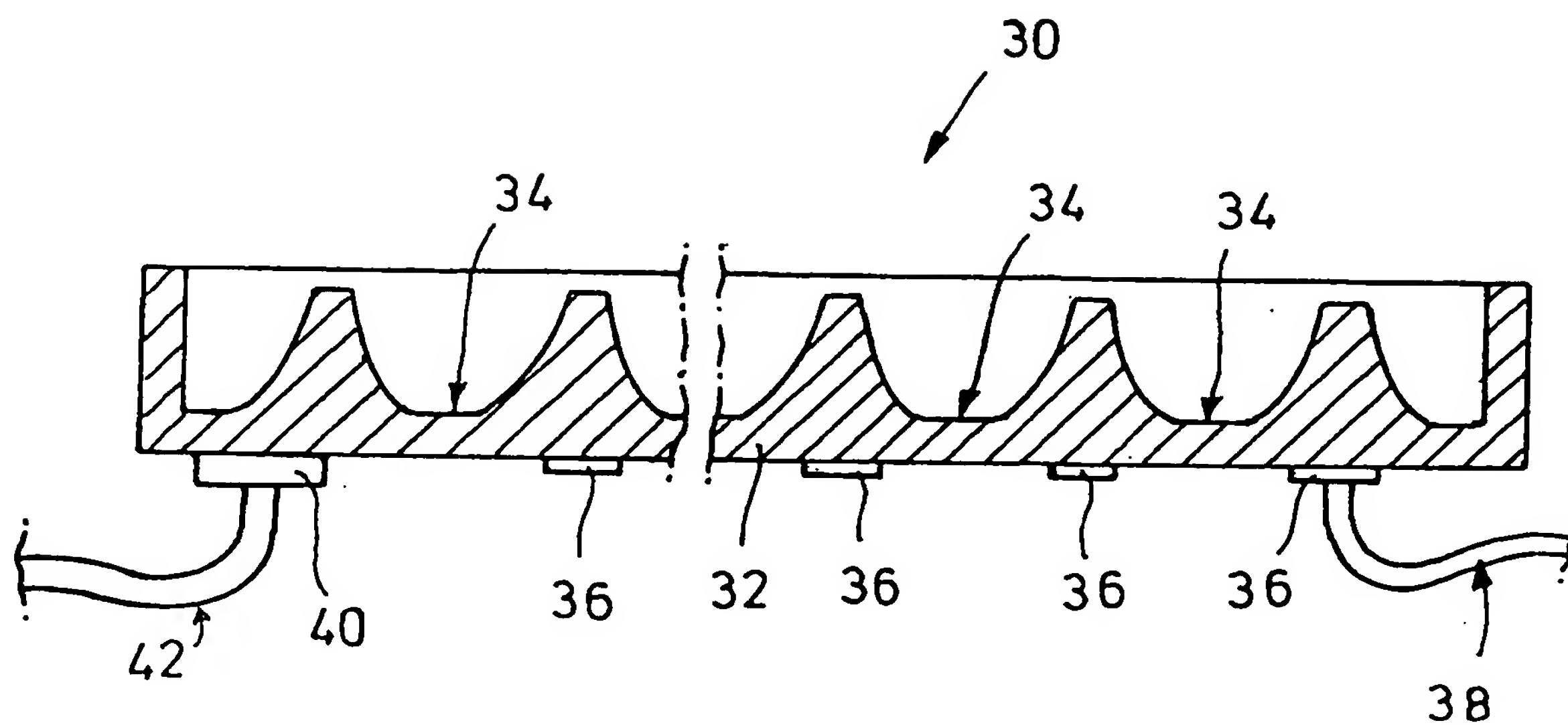


FIG. 2

Best Available Copy